

Patent Abstracts of Japan

P03NM-112EP

PUBLICATION NUMBER : 2003096533
PUBLICATION DATE : 03-04-03

APPLICATION DATE : 18-07-02
APPLICATION NUMBER : 2002209042

APPLICANT : NISSAN MOTOR CO LTD;

INVENTOR : MABUCHI YUTAKA;

INT.CL. : C22C 33/02 B22F 1/00 B22F 3/02 B22F 3/035 B22F 3/24

TITLE : IRON-BASE POWDER MIXTURE FOR WARM COMPACTION, IRON-BASE POWDER MIXTURE FOR WARM DIE LUBRICATION COMPACTION, AND METHOD FOR MANUFACTURING IRON-BASE SINTERED COMPACT USING THEM

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing an iron-base sintered compact by which an iron-base sintered compact having high density and high fatigue strength can be obtained by sintering a high-density green compact.

SOLUTION: A preheated die is used as the die, and the iron-base powder mixture contains iron-base powder having $\leq 75 \mu\text{m}$ maximum particle size of primary particles, graphite powder in an amount of 0.1 to 1.0 mass% based on the total amount of the iron-base powder mixture, and a lubricant for powder compaction in an amount of 0.05 to 0.80 mass%.

COPYRIGHT: (C)2003,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-96533

(P2003-96533A)

(43) 公開日 平成15年4月3日(2003.4.3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-コ-ト*(参考)
C 2 2 C	33/02	C 2 2 C 33/02	Z 4 K 0 1 8
B 2 2 F	1/00	B 2 2 F 1/00	V
	3/02	3/02	Z
	3/035	3/035	E
	3/24	3/24	B
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁)			

(21) 出願番号 特願2002-209042(P2002-209042)
(22) 出願日 平成14年7月18日(2002.7.18)
(31) 優先権主張番号 特願2001-219731(P2001-219731)
(32) 優先日 平成13年7月19日(2001.7.19)
(33) 優先権主張国 日本(J P)

(71) 出願人 000001258
川崎製鉄株式会社
兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号
(71) 出願人 000003997
日産自動車株式会社
神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地
(72) 発明者 宇波 繁
千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内
(74) 代理人 100099531
弁理士 小林 英一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 温間成形用鉄基粉末混合物および温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物ならびにこれらを用いた鉄基焼結体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高密度成形体を焼結処理して、高密度・高疲労強度の鉄基焼結体とすることができる鉄基焼結体の製造方法を提案する。

【解決手段】 金型を、予熱された金型とし、鉄基粉末混合物が、1次粒子形の最大粒径が75 μ m以下の鉄基粉末と、鉄基粉末混合物の全量に対して、0.1～1.0質量%の黒鉛粉末と、0.05～0.80質量%の粉末成形用潤滑剤とを含有するものとする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 鉄基粉末、黒鉛粉末および粉末成形用潤滑剤とを含有する温間成形用鉄基粉末混合物において、前記鉄基粉末の1次粒子の最大粒径が $75\mu\text{m}$ 以下であり、前記温間成形用鉄基粉末混合物の全量に対して、前記黒鉛粉末が0.1～1.0質量%であり、前記粉末成形用潤滑剤が0.05～0.80質量%であることを特徴とする温間成形用鉄基粉末混合物。

【請求項2】 前記鉄基粉末を、最大粒径が $75\mu\text{m}$ 以下の1次粒子を造粒した2次粒子とし、該2次粒子の最大粒径を $180\mu\text{m}$ 以下としてなることを特徴とする請求項1記載の温間成形用鉄基粉末混合物。

【請求項3】 鉄基粉末、黒鉛粉末および粉末成形用潤滑剤とを含有する温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物において、前記鉄基粉末の1次粒子の最大粒径が $75\mu\text{m}$ 以下であり、前記温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物の全量に対して、前記黒鉛粉末が0.1～1.0質量%であり、前記粉末成形用潤滑剤が0.05～0.40質量%であることを特徴とする温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物。

【請求項4】 前記鉄基粉末を、最大粒径が $75\mu\text{m}$ 以下の1次粒子を造粒した2次粒子とし、該2次粒子の最大粒径を $180\mu\text{m}$ 以下としてなることを特徴とする請求項3記載の温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物。

【請求項5】 金型に、加熱した鉄基粉末混合物を充填した後、所定の温度で加圧成形して鉄基粉末成形体とし、ついで、該鉄基粉末成形体に焼結処理を施し鉄基焼結体とする鉄基焼結体の製造方法において、前記金型を、予熱された金型とし、前記鉄基粉末混合物が、1次粒子の最大粒径が $75\mu\text{m}$ 以下の鉄基粉末と、前記鉄基粉末混合物の全量に対して、0.1～1.0質量%の黒鉛粉末と、0.05～0.80質量%の粉末成形用潤滑剤とを含有することを特徴とする鉄基焼結体の製造方法。

【請求項6】 金型に、加熱した鉄基粉末混合物を充填した後、所定の温度で加圧成形して鉄基粉末成形体とし、ついで、該鉄基粉末成形体に焼結処理を施し鉄基焼結体とする鉄基焼結体の製造方法において、前記金型を、予熱され、表面に温間金型潤滑用潤滑剤を帯電付着させた金型とし、前記鉄基粉末混合物が、1次粒子の最大粒径が $75\mu\text{m}$ 以下の鉄基粉末と、前記鉄基粉末混合物の全量に対して、0.1～1.0質量%の黒鉛粉末と、0.05～0.40質量%の粉末成形用潤滑剤とを含有することを特徴とする鉄基焼結体の製造方法。

【請求項7】 前記鉄基粉末を、最大粒径が $75\mu\text{m}$ 以下の1次粒子を造粒した2次粒子とし、該2次粒子の最大粒径を $180\mu\text{m}$ 以下としてなることを特徴とする請求項5または6に記載の鉄基焼結体の製造方法。

【請求項8】 請求項5、6または7に記載の鉄基焼結体の製造方法で製造された鉄基焼結体を、さらに熱処理することを特徴とする鉄基焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、温間成形用鉄基粉末混合物および温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物ならびにこれらを用いた鉄基焼結体の製造方法に係り、とくに、高疲労強度を有する鉄基粉末焼結体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】粉末冶金用鉄基粉末成形体は、鉄基粉末に、銅粉、黒鉛粉などの合金粉末と、さらにステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム等の潤滑剤を混合した鉄基粉末混合物を金型に充填した後、加圧成形して製造されるのが一般的であり、得られる鉄基粉末成形体の密度としては、 $6.6\sim 7.1\text{ Mg/m}^3$ が普通の値である。

【0003】これらの鉄基粉末成形体は、焼結処理を施して焼結体とされ、必要に応じてサイジングや切削加工を施して粉末冶金製品とされる。また強度増加が必要な粉末冶金製品の場合には焼結処理後に熱処理を施すこともある。このようにして製品形状に近い粉末冶金製品を製造する粉末冶金技術により、高寸法精度で複雑な形状の部品をニアネット形状に生産することが可能となり、従来の溶製材料を用いる製造方法に比べて大幅に切削コストの低減が可能となった。

【0004】さらに、最近では、自動車用機械部品などに用いられる部品の小型軽量化のための高強度化が鉄系の粉末冶金製品へ強く要求されている。粉末冶金製品（焼結部品）の高強度化に対しては、成形体を高密度化することにより、焼結部品を高密度化することが一般的に有効であり、焼結部品の密度が高いほど、焼結部品中の空孔が減少し、引張り強さや衝撃値をはじめ、疲労強度などの機械的特性が向上する。

【0005】鉄基粉末成形体の高密度化を可能とする成形方法として、鉄基粉末混合物に通常の加圧成形と焼結処理を施したのち、さらに加圧成形と焼結処理を繰り返して行う2回成形2回焼結法や（例えば特開平10-317090号公報）、1回成形1回焼結後に熱間で鍛造する焼結鍛造法などが提案されている。また、例えば、特開平2-156002号公報、特公平7-103404号公報、USP 第5,256,185号公報、USP 第5,368,630号公報には、金属粉末を加熱しつつ加圧成形する温間成形技術が開示されている。この温間成形技術は、温間成形時に潤滑剤の一部または全部を溶融させて粉末粒子間に潤滑剤を均一に分散させ、粒子間および成形体と金型の間の摩擦抵抗を下げ成形性を向上させようとするものであり、上記した高密度成形体の製造方法のなかではコスト的には最も有利であると考えられている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、特開平2-156002号公報、特公平7-103404号公報、USP 第5,256,185号公報、USP 第5,368,630号公報、特開2000-290703号公報に記載の温間成形技術で得た成形体を焼結処理

した鉄基焼結体では、鉄基焼結体を用いる部品によっては、機械的特性が不十分であるという問題があった。

【0007】また、自動車用機械部品などに用いられる焼結体として、高疲労強度化という観点と、コストの低減という観点から、高疲労強度の鉄基焼結体を、しかも1回の加圧成形で得ることのできる鉄基焼結体の製造方法の開発が望まれていた。本発明は、上記した従来技術の問題を有利に解決し、高密度成形体を焼結処理して、高密度・高疲労強度の鉄基焼結体とすることができる温間成形用鉄基粉末混合物および温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物ならびにこれらを用いた鉄基焼結体の製造方法を提案することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】そこで本発明者らは、鉄基粉末の最大粒径に着目した。従来粉末冶金用鉄基粉末の1次粒子の最大粒径は150～180 μm であり、1次粒子の最大粒径を小さくすることで上記問題点を解決できたのである。本発明者らは、鉄基粉末の1次粒子の最大粒径を限定するとともに、黒鉛粉末および粉末成形用潤滑剤の量を特定した鉄基粉末混合物を用いる温間成形技術および、上記したような鉄基粉末混合物を加圧成形する金型を予め予熱し、予熱された金型の表面に帯電した潤滑剤を塗布する温間金型潤滑技術を適用することにより、高密度成形体を得、これを焼結処理することで高密度・高疲労強度の鉄基焼結体を製造できることを知見し、本発明を完成させた。

【0009】すなわち、本発明は、鉄基粉末、黒鉛粉末および粉末成形用潤滑剤とを含有する温間成形用鉄基粉末混合物において、前記鉄基粉末の1次粒子の最大粒径が75 μm 以下であり、前記温間成形用鉄基粉末混合物の全量に対して、前記黒鉛粉末が0.1～1.0質量%であり、前記粉末成形用潤滑剤が0.05～0.80質量%であることを特徴とする温間成形用鉄基粉末混合物である。前記鉄基粉末を、最大粒径が75 μm 以下の1次粒子を造粒した2次粒子とし、該2次粒子の最大粒径を180 μm 以下としてなることが好ましい。

【0010】また、本発明は、鉄基粉末、黒鉛粉末および粉末成形用潤滑剤とを含有する温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物において、前記鉄基粉末の1次粒子の最大粒径が75 μm 以下であり、前記温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物の全量に対して、前記黒鉛粉末が0.1～1.0質量%であり、前記粉末成形用潤滑剤が0.05～0.40質量%であることを特徴とする温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物である。前記鉄基粉末を、最大粒径が75 μm 以下の1次粒子を造粒した2次粒子とし、該2次粒子の最大粒径を180 μm 以下としてなることが好ましい。

【0011】さらに本発明は、金型に、加熱した鉄基粉末混合物を充填した後、所定の温度で加圧成形して鉄基粉末成形体とし、ついで、該鉄基粉末成形体に焼結処理を施し鉄基焼結体とする鉄基焼結体の製造方法におい

て、前記金型を、予熱された金型とし、前記鉄基粉末混合物が、1次粒子の最大粒径が75 μm 以下の鉄基粉末と、前記温間成形用鉄基粉末混合物の全量に対して、0.1～1.0質量%の黒鉛粉末と、0.05～0.80質量%の粉末成形用潤滑剤とを含有することを特徴とする鉄基焼結体の製造方法である。また、本発明は、金型に、加熱した鉄基粉末混合物を充填した後、所定の温度で加圧成形して鉄基粉末成形体とし、ついで、該鉄基粉末成形体に焼結処理を施し鉄基焼結体とする鉄基焼結体の製造方法において、前記金型を、予熱され、表面に温間金型潤滑用潤滑剤を帯電付着させた金型とし、前記鉄基粉末混合物が、1次粒子の最大粒径が75 μm 以下の鉄基粉末と、前記鉄基粉末混合物の全量に対して、0.1～1.0質量%の黒鉛粉末と、0.05～0.40質量%の粉末成形用潤滑剤とを含有することを特徴とする鉄基焼結体の製造方法である。上記の鉄基焼結体の製造方法において、前記鉄基粉末を、最大粒径が75 μm 以下の1次粒子を造粒した2次粒子とし、該2次粒子の最大粒径を180 μm 以下としてなることが好ましい。さらに、本発明は上記の鉄基焼結体の製造方法で製造された鉄基焼結体を、さらに熱処理することが好ましい鉄基焼結体の製造方法である。

【0012】

【発明の実施の形態】まず、本発明に係る温間成形技術について説明する。この温間成形技術は、予熱された金型内に鉄基粉末混合物を充填し、該鉄基粉末混合物を所定の温度で加圧成形し、鉄基粉末成形体とする方法である。その際、加圧成形に用いる金型は予め所定の温度に予熱しておく。金型の予熱温度は、加圧成形中、鉄基粉末混合物が所定の加圧成形温度に保持できるような温度であればよい。本発明で言う所定の加圧成形温度とは、鉄基粉末混合物の温度をいうものとする。

【0013】鉄基粉末混合物の加熱温度は、70～200 $^{\circ}\text{C}$ とするのが好ましく、さらに100～160 $^{\circ}\text{C}$ とするのがより好ましい。鉄基粉末混合物の加熱温度が70 $^{\circ}\text{C}$ 未満では、鉄粉の降伏応力が高く、成形体の密度が低下し、一方、鉄基粉末混合物の加熱温度が200 $^{\circ}\text{C}$ を超えても実質的に密度の増加はなく、鉄基粉末の酸化の懸念が生じる。

【0014】このために、鉄基粉末混合物の加熱温度は70～200 $^{\circ}\text{C}$ の範囲とするのが望ましい。鉄基粉末混合物は、鉄基粉末に、黒鉛と、粉末成形用潤滑剤、あるいはさらに銅粉などの合金粉末を混合したものである。鉄基粉末と黒鉛、粉末成形用潤滑剤、あるいはさらに合金粉末との混合方法は、特に限定する必要はなく、通常の公知の混合方法で行う。

【0015】本発明の鉄基粉末混合物に含まれる粉末成形用潤滑剤の含有量は、鉄基粉末混合物全量に対し0.05～0.80質量%とする。粉末成形用潤滑剤の含有量が0.05質量%未満では、鉄基粉末混合物の粒子同士の潤滑作用が少なくなり、成形体の密度が低下し、また、成形割れ

が生じやすい。一方、粉末成形用潤滑剤含有量が0.80質量%を超えると、潤滑作用よりむしろ粒子の塑性変形を阻害するように働くため成形体の密度が低下し、焼結体密度が低下する。

【0016】鉄基粉末混合物に配合される粉末成形用潤滑剤としては、特公平7-103404号公報、特開平9-104901号公報、特開平10-317001号公報に示された潤滑剤がいずれも好適に使用できる。また、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム等の金属石鹸や、エチレンビスステアロアミド等の通常ワックスと呼ばれる潤滑剤が単独あるいは混合して使用できる。

【0017】鉄基粉末混合物に含まれる黒鉛は、焼結体中に拡散し、固溶強化によって焼結体を強化する効果を有する。鉄基粉末混合物に含まれる黒鉛量が1.0質量%を超えると成形体の密度が低下する。一方、含有する黒鉛量が0.1質量%未満では、焼結体を強化する効果が少ない。このため、鉄基粉末混合物中に含有される黒鉛は、鉄基粉末混合物全量に対し、0.1～1.0質量%とする。

【0018】ここで、本発明に用いる鉄基粉末は、1次粒子の最大粒径を75 μ m以下に限定する。鉄基粉末中に1次粒子の粒径が75 μ mを超えるものが含まれていると、焼結の駆動力が弱くなり、75 μ mを超えた1次粒径の鉄基粉末の周囲に粗大な空孔が形成されてしまう。また、鉄基粉末中に1次粒子の粒径が75 μ mを超えるものが含まれていると、鉄基粉末混合物を加圧成形して得た成形体の焼結時に、75 μ mを超えた1次粒径の鉄基粉末の中心にまで合金元素が十分拡散せず、鉄基焼結体にさらに強度を高めるための熱処理、例えば、ガス浸炭焼入れ、光輝焼入れ、高周波焼入れなどを施す際に、焼入性が低くなり、粗大な比較的柔らかいフェライト組織あるいはパーライト組織になってしまう。これらの粗大空孔および粗大な柔らかい組織はいずれも疲労破壊の起点となりやすいため、疲労強度が低下する。また、1次粒子の最大粒径が75 μ m以下の鉄基粉末を用い、これを造粒することにより2次粒子を製造し、見かけの粒径を大きくすることによって、鉄基粉末や鉄基粉末混合物の流動性を改善することができ、金型への充填性や寸法のばらつきを改善することができる。この鉄基粉末を用いた焼結体の機械的特性は、1次粒子の最大粒径に依存するため、造粒しない場合と比べ、疲労強度は低下しない。2次粒子最大粒径は、180 μ mを超えると薄肉場所への充填性が低下するため、180 μ m以下が好適である。1次粒子を造粒して2次粒子を製造する方法については、公知の方法を用いることができ、加熱して造粒しても良いし、バインダで造粒しても良い。鉄基粉末は、アトマイズした純鉄粉、部分拡散合金化銅粉、完全合金化銅粉、またはこれらの混合粉とするのが好ましい。特に好ましくは部分拡散合金化粉および/または完全合金化銅粉であり、合金化成分としてはNi、Cu、およびMoから選ばれ

る1種または2種以上である。

【0019】なお、1次粒子の最大粒径が75 μ m以下の鉄基粉末は、篩で順にふるって分級していき、JIS Z8801 75 μ mの篩(200メッシュ)を通過した粉末を用いるか、あるいはさらに、JIS Z8801 75 μ mの篩よりも篩目の細かい篩を通過した粉末を用いればよい。もしくは、最大粒径が75 μ m以下の鉄基粉末としては、例えば、JIS Z8801 75 μ mの篩(200メッシュ)を通過した粉末で、かつJIS Z8801 63 μ mの篩(250メッシュ)を通過しない粉末を-75/+63粉末とし、JIS Z8801 63 μ mの篩(250メッシュ)を通過した粉末で、かつJIS Z8801 45 μ mの篩(325メッシュ)を通過しない粉末を-63/+45粉末とした場合、-75/+63粉末と-63/+45粉末とを適宜な割合で混合し、粒度分布を調整したものとすることもできる。2次粒子についても同様な方法で粒度分布を調整する。例えば、JIS Z8801 180 μ mの篩(80メッシュ)を通過した粉末を用いる。

【0020】次いで、本発明に係る温間金型潤滑成形技術について説明する。温間金型潤滑成形は、予熱された金型の内面に帯電した潤滑剤を塗布し、潤滑剤が塗布された金型内に鉄基粉末混合物を充填し、該鉄基粉末混合物を所定の温度で加圧成形し、鉄基粉末成形体とする方法である。その際、加圧成形に用いる金型は予め所定の温度に予熱しておく。金型の予熱温度は、加圧成形中、鉄基粉末混合物が所定の加圧成形温度に保持できるような温度であればよい。本発明で言う所定の加圧成形温度とは、鉄基粉末混合物の温度をいうものとする。

【0021】予熱された金型の内面に、帯電された金型潤滑剤を塗布し、金型の内面に金型潤滑用潤滑剤を帯電付着させるには、金型潤滑装置(例えば、Gasbarre社製のDie Wall Lubricant System)を用いることができる。この金型潤滑装置を用いて金型潤滑用潤滑剤を塗布するには、金型潤滑装置に金型潤滑用潤滑剤の固体粉末を装入し、金型潤滑用潤滑剤の固体粉末と装置内壁との接触帯電により、金型潤滑用潤滑剤を帯電し、帯電された金型潤滑用潤滑剤を金型内面に噴射することにより、金型内面に金型潤滑用潤滑剤を帯電付着させることができる。金型内面に帯電付着させる金型潤滑用潤滑剤の付着量は5～100g/m²とするのが好ましい。金型潤滑用潤滑剤の付着量が5g/m²未満では潤滑効果が不足し、成形後の抜き出し力が高くなり、金型潤滑用潤滑剤の付着量が100g/m²を超えると、抜き出した成形体表面に金型潤滑用潤滑剤が残存し、成形体の外観不良となる。

【0022】金型潤滑用潤滑剤としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム等の金属石鹸や、エチレンビスステアロアミド等の通常ワックスと呼ばれる潤滑剤を単独、あるいは混合して使用できる。ついで、金型潤滑用潤滑剤を帯電付着された金型内に、加熱された鉄基粉末混合物を装入し、加圧成形し、鉄基粉末成形体とする。

【0023】鉄基粉末混合物の加熱温度は、70～200℃とするのが好ましく、さらに100～160℃とするのがより好ましい。鉄基粉末混合物の加熱温度が70℃未満では、鉄粉の降伏応力が高く、成形体の密度が低下し、一方、鉄基粉末混合物の加熱温度が200℃を超えても実質的に密度の増加はなく、鉄基粉末の酸化の懸念が生じる。このため、鉄基粉末混合物の加熱温度は70～200℃の範囲とするのが望ましい。

【0024】鉄基粉末混合物は、鉄基粉末に、黒鉛と、粉末成形用潤滑剤、あるいはさらに銅粉などの合金粉末を混合したものである。鉄基粉末と黒鉛、粉末成形用潤滑剤、あるいはさらに合金粉末との混合方法は、特に限定する必要はなく、通常の公知の混合方法で行う。鉄基粉末の1次粒子の最大粒径は75μm以下である。鉄基粉末の最大粒径を75μmに限定する理由、鉄基粉末の種類および調整方法、黒鉛の含有量および限定理由は温間成形技術で説明した通りである。また2次粒子最大粒径は180μm以下が好適である。この理由は温間成形技術で説明した通りである。

【0025】温間金型潤滑成形に用いる場合の粉末成形用潤滑剤の種類は温間成形技術で説明したものと同一ものが使用できる。なお、温間金型潤滑成形用鉄基粉末混合物に含まれる粉末成形用潤滑剤の含有量は、鉄基粉末混合物全量に対し、0.05～0.40質量%である。粉末成形用潤滑剤の含有量が0.05質量%未満では、鉄基粉末混合物の粒子同士の潤滑作用が少なくなり、成形体の密度が低下し、また、成形割れが生じやすい。一方、温間金型潤滑成形の場合は、粉末成形用潤滑剤含有量が0.40質量%を超えると、潤滑作用は飽和し、むしろ粒子の塑性変形を阻害するように働くため成形体の密度が低下し、焼結体密度が低下する。

【0026】また、本発明では、上記の温間成形技術または温間金型潤滑成形技術を用いて製造された高密度の鉄基粉末成形体に、焼結処理を施し鉄基焼結体を得る。本発明における焼結処理条件は、特に限定する必要はなく、通常公知の焼結方法がいずれも好適に使用できる。焼結温度は、1100～1300℃の範囲とするのが好ましく、焼結雰囲気は、エンドサーミックガス雰囲気（RX雰囲気）、水素を含む窒素ガス雰囲気、あるいはアンモニア分解ガス雰囲気、あるいは真空中とするのが好ましい。なお、焼結温度が高いほど焼結体強度は増加するが、焼結温度の上昇は、焼結コストを増加させるため、焼結温度は強度とコストを考慮して適宜選択するのが好まし

い。

【0027】本発明では、上記のようにして得た鉄基焼結体に、さらに疲労強度を高めるため、熱処理を施すことが好ましい。熱処理は、ガス浸炭焼入れ、光輝焼入れ、高周波焼入れなど公知の熱処理を施すことができる。

【0028】

【実施例】（実施例1～3、比較例1、2）鉄基粉末として、Fe-4Ni-0.5Mo-1.5Cu組成の部分合金化銅粉を用いた。部分合金化銅粉は、篩により分級して最大粒径を変えたアトマイズ純鉄粉を1次粒子とし、Ni、Mo、Cuを混合して加熱処理により拡散付着させると同時に、2次粒子に造粒し、篩により所定の粒径に分級して得たものである。これらの各部分合金化銅粉に、表1に示す量の粉末成形用潤滑剤としてのエチレンビスステアロアミドと、黒鉛とをVブレンダーで混合し、鉄基粉末混合物とした。

【0029】まず、加圧成形用の金型を予熱し、ついで、この金型内に加圧成形温度に加熱した上記の鉄基粉末混合物を充填した後、686 MPaの圧力で加圧成形し、長さ80mm×巾15mm×高さ15mmの成形体とした。得られた成形体にN₂-10vol %H₂雰囲気中で1250℃、3600sの焼結処理を施し、鉄基焼結体とした。これら鉄基焼結体を平行部径8mm、平行部長さ15.4mmに機械加工した。機械加工した焼結体を、熱処理として、900℃、3600sで光輝熱処理し、60℃の油中に焼入れし、180℃、3600sの焼戻しを施した。該熱処理した焼結体について、回転曲げ疲労試験（JISZ 2274）を行い、回転曲げ疲労強度を測定した。なお、加圧成形後、成形体を抜き出す時の抜き出し力を測定するとともに、得られた成形体の外観を目視観察して、疵、欠け等の欠陥の有無を調査した。また、得られた成形体および焼結体について、アルキメデス法で密度を測定した。アルキメデス法とは、被測定物をエタノール中に浸漬して体積を測定することにより、密度を測定する方法である。また、熱処理後の焼結体について、中央部で切断し、樹脂に埋め込んで研磨し断面における空孔の有無および組織を光学顕微鏡で観察した。比較例1、2として、最大粒径が本発明の範囲を外れるアトマイズ純鉄粉を用いた以外は、実施例1と同じ条件で製造した成形体と焼結体を用いた。これらの結果を表1に示す。

【0030】

【表1】

No.	鉄基粉末混合物組成						加圧成形条件	焼結 後熱 処理 条件	成形体製造結果			焼結体製造結果		
	黒鉛含有量 質量%	粉末成形用潤滑剤含有量 質量%	鉄基粉末含有量 質量%	鉄基粉末1次粒子最大粒径 μm	鉄基粉末2次粒子最大粒径 μm	金型潤滑剤調剤			加圧成形温度 ℃	成形体抜き出し力 MPa	成形体外観 *	成形体密度 Mg/m ³	焼結体密度 Mg/m ³	焼結体組織 **
実施例1	0.9	0.60	残部	45	45	なし	なし	120	光輝	良	7.23	7.38	良	450
実施例2	0.9	0.60	残部	63	63	なし	なし	120	光輝	良	7.26	7.41	良	460
実施例3	0.9	0.60	残部	75	75	なし	なし	120	光輝	良	7.27	7.41	良	450
比較例1	0.9	0.60	残部	106	106	なし	なし	120	光輝	良	7.27	7.35	不良	390
比較例2	0.9	0.60	残部	180	180	なし	なし	120	光輝	良	7.27	7.34	不良	380
実施例4	0.9	0.10	残部	63	63	ZnSt	ZnSt	110	なし	良	7.33	7.48	—	350
比較例3	0.9	0.10	残部	180	180	ZnSt	ZnSt	110	なし	良	7.34	7.41	—	300
実施例5	0.3	0.20	残部	45	45	ZnSt	ZnSt	130	浸炭	良	7.34	7.49	良	550
実施例6	0.3	0.20	残部	63	63	ZnSt	ZnSt	130	浸炭	良	7.37	7.52	良	560
実施例7	0.3	0.20	残部	75	75	ZnSt	ZnSt	130	浸炭	良	7.38	7.52	良	550
実施例8	0.3	0.20	残部	63	106	ZnSt	ZnSt	130	浸炭	良	7.38	7.53	良	560
実施例9	0.3	0.20	残部	75	180	ZnSt	ZnSt	130	浸炭	良	7.38	7.50	良	550
実施例10	0.3	0.20	残部	75	250	ZnSt	ZnSt	130	浸炭	良	7.38	7.51	良	550
比較例4	0.3	0.20	残部	106	106	ZnSt	ZnSt	130	浸炭	良	7.38	7.46	不良	480
比較例5	0.3	0.20	残部	180	180	ZnSt	ZnSt	130	浸炭	良	7.38	7.45	不良	470
比較例6	0.3	0.120	残部	106	106	ZnSt	ZnSt	130	浸炭	良	7.38	7.46	不良	480
実施例11	0.6	0.15	残部	75	75	ZnSt	ZnSt	160	浸炭	良	7.38	7.52	良	550
実施例12	0.6	0.35	残部	75	75	ZnSt	ZnSt	160	浸炭	良	7.37	7.51	良	530
比較例7	0.6	1.00	残部	75	75	ZnSt	ZnSt	160	浸炭	良	7.30	7.40	良	440
比較例8	0.3	0.75	残部	75	75	なし	なし	25***	浸炭	良	7.16	7.32	良	460

*) 外観不良、欠け証がない場合は良
 **) 粗大空孔あるいは、粗大なウェライト組織が観察されない場合は良
 ***) 加圧成形時、加熱なし

【0031】表1の結果から本発明による焼結体は、比較例の焼結体より高密度で、かつ高い回転曲げ疲労強度を有していることがわかる。

(実施例4、比較例3)鉄基粉末として、Fe-4Ni-0.5Mo-1.5Cu組成の部分合金化銅粉を用いた。部分合金化銅粉は、実施例1と同様にして篩により分級して最大粒径を変えたアトマイズ純鉄粉に、Ni、Mo、Cuをそれぞれ拡散付着させて得たものである。これらの各部分合金化銅粉

に、表1に示す量の粉末成形用潤滑剤としてのエチレンビスステアロアミドと、黒鉛とをVブレンダで混合し、鉄基粉末混合物とした。

【0032】まず、加圧成形用の金型を予熱し、Gassharr社製の金型潤滑装置を用いて帯電させた温間金型潤滑用潤滑剤としてのステアリン酸亜鉛(ZnSt)を金型内に噴霧し、金型の内面に帯電付着させた。なお、温間金型潤滑用潤滑剤の付着量は10g/m²とした。ついで、この

ように処理された金型内に加圧成形温度に加熱した上記の鉄基粉末混合物を充填した後、686MPaの圧力で加圧成形し、長さ80mm×巾15mm×高さ15mmの成形体とした。得られた成形体にN₂-10 %H₂雰囲気中で1250℃、3600sの焼結処理を施し、鉄基焼結体とした。これら鉄基焼結体を平行部径8mm、平行部長さ15.4mmに機械加工し、回転曲げ疲労試験(JIS Z 2274)を行い、回転曲げ疲労度を測定した。なお、加圧成形後、成形体を抜き出す時の抜き出し方を測定するとともに、得られた成形体の外観を目視観察して、庇、欠け等の欠陥の有無を調査した。また、得られた成形体および焼結体について、アルキメデス法で密度を測定した。

【0033】比較例3として、最大粒径が本発明の範囲を外れるアトマイズ純鉄粉を用いた以外は、実施例4と同じ条件で製造した成形体と焼結体を用いた。これらの結果を前記表1に示す。表1の結果から本発明による焼結体は、比較例の焼結体より高密度で、かつ高い回転曲げ疲労強度を有していることがわかる。

【0034】(実施例5～12、比較例4～8)黒鉛及び粉末成形用潤滑剤の含有量、鉄基粉末の最大粒径、加圧成形温度を表1の各条件とした以外は、実施例4と同様の条件で製造した鉄基焼結体を機械加工した後、熱処理として、900℃、7200s、カーボンポテンシャル0.8%

でガス浸炭し、60℃の油中に焼入れ後、180℃、3600sの焼き戻しを施した。なお、この場合、実施例1と同様の方法で成形体および焼結体について調査を行ったが、焼結体としては熱処理後の焼結体を用いた。比較例4、5、6として、最大粒径が本発明の範囲を外れるアトマイズ純鉄粉を用いた以外は、実施例5と同じ条件で製造した成形体と焼結体を用いた。

【0035】比較例7として、潤滑剤含有量が本発明の範囲を外れる鉄基粉末混合物組成を用いた以外は、実施例8と同じ条件で製造した成形体と焼結体を用いた。比較例8として、加圧成形温度が本発明の範囲を外れる加圧成形条件とし、表1に示す組成の鉄基粉末混合物を用い、実施例1と同様に温間成形した成形品と、この成形品を実施例5と同様に焼結、熱処理を施した焼結体とを用いた。

【0036】これらの結果を前記表1に示す。表1の結果から本発明による焼結体は、比較例の焼結体より高密度で、かつ高い回転曲げ疲労強度を有していることがわかる。また、実施例6、8、9で用いた鉄基粉末混合物の流動性を調査した、その結果を表2に示す。

【0037】

【表2】

No.	鉄基粉末混合物組成					鉄基粉末混合物の流動度 秒/100g
	黒鉛含有量 質量%	粉末成形用潤滑剤含有量 質量%	鉄基粉末含有量 質量%	鉄基粉末1次粒子最大粒径 μm	鉄基粉末2次粒子最大粒径 μm	
実施例6	0.3	0.20	残部	63	63	24
実施例8	0.3	0.20	残部	63	106	21
実施例9	0.3	0.20	残部	75	180	15

【0038】なお、流動度は、100gの鉄基粉末混合物がφ5mmのオリフィスから流れ落ちる時間である。

【0039】

【発明の効果】本発明によれば、高密度の成形体を1回

の成形で容易に製造でき、しかも1回の焼結で高い回転曲げ疲労強度を有する焼結体が容易に得られるという産業上格段の効果を奏する。

フロントページの続き

(72)発明者 上ノ園 聡
千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(72)発明者 藤木 章
神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産自動車株式会社内

(72)発明者 前川 幸広
神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産自動車株式会社内

(72)発明者 馬淵 豊
神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産自動車株式会社内

Fターム(参考) 4K018 AA24 AB10 AC01 BA13 BA20
BB04 BC11 BC12 CA00 CA07
CA11 DA00 FA08 KA01